

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-316800

(P 2 0 0 1 - 3 1 6 8 0 0 A)

(43) 公開日 平成13年11月16日 (2001. 11. 16)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード <sup>*</sup>	(参考)
C23C 14/06		C23C 14/06	B 3C046	
			F 4K029	
			P 4K030	
B23B 27/14		B23B 27/14	A	
C23C 16/24		C23C 16/24		
		審査請求	未請求	請求項の数11 O L (全15頁)

(21) 出願番号 特願2001-16954 (P 2001-16954)

(22) 出願日 平成13年 1 月25日 (2001. 1. 25)

(31) 優先権主張番号 特願2000-49327 (P2000-49327)

(32) 優先日 平成12年 2 月25日 (2000. 2. 25)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002130  
住友電気工業株式会社  
大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番33号

(72) 発明者 内海 慶春  
伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内

(72) 発明者 織田 一彦  
伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内

(74) 代理人 100074206  
弁理士 鎌田 文二 (外 2 名)

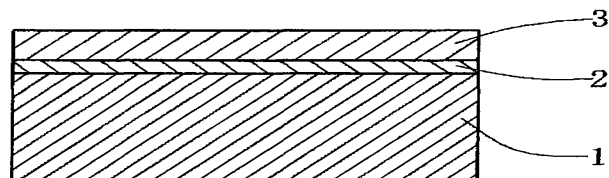
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 非晶質炭素被覆部材

(57) 【要約】

【課題】 密着性が充分な非晶質炭素被膜を被覆した非常に高い面圧下で使用される機械部品や、切削工具、金型を提供する。

【解決手段】 非晶質炭素被覆部材の構造を、基材 1 上に周期律表第IVa、Va、VIa、IIIBおよびC以外のIVb族元素のなかから選ばれた少なくとも 1 つの元素、またはこれらのなかから選ばれた少なくとも 1 つの元素の炭化物からなる中間層 2 が形成され、この中間層 2 上に非晶質炭素膜 3 が形成された構造とし、中間層 2 の厚さを 0.5nm 以上 10 nm未満とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基材と、その上に形成された中間層、さらにその上に形成された非晶質炭素膜とを備えた非晶質炭素被覆部材であって、中間層が周期律表第IVa、Va、VIa、IIIb族元素およびC以外のIVb族元素の元素群から選ばれた少なくとも1つの元素、またはこの元素群から選ばれた少なくとも1つの元素の炭化物からなり、厚さが0.5nm以上10nm未満であることを特徴とする非晶質炭素被覆部材。

【請求項 2】 基材と、その上に形成されたセラミックス層、さらにその上に形成された中間層、さらにその上に形成された非晶質炭素膜とを備えた非晶質炭素被覆部材であって、セラミックス層が、周期律表第IVa、Va、VIa、IIIb族元素から選ばれた少なくとも1つの元素の窒化物、炭化物又は炭窒化物からなり、中間層が周期律表第IVa、Va、VIa、IIIb族およびC以外のIVb族元素の元素群から選ばれた少なくとも1つの元素、またはこれらのなかから選ばれた少なくとも1つの元素の炭化物からなり、中間層の厚さが0.5nm以上10nm未満であることを特徴とする非晶質炭素被覆部材。

【請求項 3】 セラミックス層が、TiAlN、ZrN、VNの中から選ばれた少なくとも1種からなり、このセラミックス層の厚さが0.2μm以上5μm未満であることを特徴とする、請求項2に記載の非晶質炭素被覆部材。

【請求項 4】 中間層がTi、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Siの元素群から選ばれた少なくとも1つの元素、またはこの元素群から選ばれた少なくとも1つの元素の炭化物であることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の非晶質炭素被覆部材。

【請求項 5】 中間層がイオンプレーティング法、スパッタ蒸着法、あるいは真空アーク蒸着法により形成されることを特徴とする、請求項1乃至4のいずれかに記載の非晶質炭素被覆部材。

【請求項 6】 中間層が、少なくとも中間層を構成する元素のイオン存在下にて、基材に負バイアス電圧を印可し、基材又は基材上に形成されたセラミックス層表面をエッチングすると同時に形成されたものであることを特徴とする請求項1乃至5のいずれかに記載の非晶質炭素被覆部材。

【請求項 7】 中間層が、少なくとも中間層を構成する金属元素のイオン存在下にて、基材に負のバイアス電圧を印可し、基材又は基材上に形成されたセラミックス層表面に前記イオンを照射することにより、基材又はセラミックス層表面をエッチングすると同時に、前記金属元素からなる金属層を形成した後、非晶質炭素形成時に前記金属層を炭化することにより形成された炭化物であることを特徴とする請求項1乃至5のいずれかに記載の非晶質炭素被覆部材。

【請求項 8】 非晶質炭素膜がスパッタ法、真空アーク蒸着法により形成されることを特徴とする請求項1乃至

7のいずれかに記載の非晶質炭素被覆部材。

【請求項 9】 非晶質炭素膜のヌープ硬度(Hv)が、1200以上8000以下であることを特徴とする請求項1乃至8のいずれかに記載の非晶質炭素被覆部材。

【請求項 10】 基材が、セラミックス、鉄系合金、アルミニウム合金、鉄系焼結体、タングステンカーバイト系金属の超硬合金、ダイヤモンド焼結体、立方晶窒化ホウ素焼結体から選ばれた少なくとも1種であることを特徴とする請求項1乃至9のいずれかに記載の非晶質炭素被覆部材。

【請求項 11】 切削工具、金型、機械部品のいずれかとして使用されることを特徴とする請求項1乃至10のいずれかに記載の非晶質炭素被覆部材。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、耐摩耗性、摺動特性および表面保護機能向上のため、機械部品、金型、切削工具、摺動部品などに用いられる、非晶質炭素被覆部材に関するものである。

【0002】

【従来の技術】非晶質炭素膜は、ダイヤモンドドライカーボン(DLC)、カーボン硬質膜、a-C、a-C:H、i-C等とも称されている、非晶質の炭素膜または水素化炭素膜である。非晶質炭素膜は、高硬度で平面平滑性に優れ、摩擦係数が低いといった優れた特徴を有するため、耐摩耗性、低摩擦係数が要求される、機械部品、金型、切削工具、摺動部品などへの応用が期待されており、一部の製品で実用化されている。

【0003】非晶質炭素膜の形成法としては、CH<sub>4</sub>等の炭化水素系ガスを用いたプラズマCVD法や、スパッタ蒸着法、イオンプレーティング法、真空アーク蒸着法などが用いられているが、基材と膜の密着性が乏しいため、密着性を改善するさまざまな方法が報告されている。非晶質炭素膜の密着性改善のための一般的な手法として、基材と非晶質炭素膜の間に様々な中間層を形成する方法が従来から試みられており、例えば特開昭64-79372号公報では、基材上に気相合成法により炭化チタニウムからなる厚さ50～1000nmの中間層を被覆した後、気相合成法により非晶質炭素膜を形成する方法が示されている。

【0004】また、特開平5-82472号公報では、周期律表IVa、Va、VIa族金属の炭化物、窒化物およびこれらの相互固溶体の中の少なくとも1種を含む焼結合金上に、IVa、Va、VIa族金属の炭化物、炭窒化物、炭酸化物、炭窒酸化物、炭硼化合物またはSiの炭化物、炭窒化物もしくは、これらの相互固溶体の中の少なくとも1種からなる、厚さ0.1～10μmの中間層を形成し、その上に非晶質炭素膜を形成した構造が示されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従来は中間層の厚さは50nm以上となっていたが、このような厚さの中間層の上

に非晶質炭素膜を形成した場合には、非常に高い面圧下で使用される機械部品や、切削工具、金型に対しては、密着性が不十分であり、非晶質炭素被膜を応用できる分野が限られていた。

#### 【 0 0 0 6 】

【課題を解決するための手段】非晶質炭素膜の密着性を改善させるため、さまざまな構造を検討した結果、以下の構造により、機械部品、切削工具、金型等に应用可能な高い密着性を有する非晶質炭素被覆部材が実現可能なことを見いだした。

【 0 0 0 7 】すなわち、非晶質炭素被覆部材の構造を、基材上に周期律表第IVa、Va、VIa、IIIB族元素およびC以外のIVb族元素の元素群から選ばれた少なくとも1つの元素、またはこの元素群から選ばれた少なくとも1つの元素の炭化物からなる中間層が形成され、この中間層上に非晶質炭素膜が形成された構造とし、中間層の厚さが0.5nm以上10nm未満とすることが、非晶質炭素被膜の基材との密着性を著しく高める効果があることを見いだした。

#### 【 0 0 0 8 】

【作用及び発明の実施の形態】本発明は基材との密着性に優れた非晶質炭素被覆部材膜を得るための構造として、中間層の材料、膜厚、形成方法に特徴を有する。

【 0 0 0 9 】中間層の材料としては、周期律表第IVa、Va、VIa、IIIB族元素およびC以外のIVb族元素の元素群から選ばれた少なくとも1つの元素を用いる。これらの元素は炭素と反応して炭化物を形成するため、これらの元素からなる中間層上に非晶質炭素膜を形成することにより、中間層と非晶質炭素膜の界面でこれらの元素と炭素の結合ができ、高い密着力を得ることができる。あるいは中間層の材料として、これらの元素の炭化物を用いることもできる。これらの炭化物の中間層上に非晶質炭素膜を形成することにより、中間層と非晶質炭素膜の界面で、炭化物の炭素と非晶質炭素の炭素間の結合あるいは、中間層の周期律表第IVa、Va、VIa、IIIB族元素、C以外のIVb族元素と非晶質炭素の炭素間の結合が生じ、高い密着力が得られる。これらの炭化物は、化学量論比組成のものでも、化学量論比組成から組成がずれたものでも用いることができる。

【 0 0 1 0 】これらの材料の中でも、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Siの元素群から選ばれた少なくとも1つの元素、またはこの元素群のなかから選ばれた少なくとも1つの元素の炭化物を中間層として用いることが特に望ましい。これらの元素は、特に炭化物を形成しやすい物質であるため、これらの元素、またはこれらの元素の炭化物の中間層の上に、非晶質炭素膜を形成すると、中間層と非晶質炭素膜の界面で安定で、強固な結合が生じ、非常に高い密着力が得られる。

【 0 0 1 1 】本発明において、中間層の厚さは0.5nm以上10nm未満が好ましい。従来の技術で用いられている中

間層の厚さより薄くすることにより、従来技術では不可能な高い密着力を得ることができる。中間層の厚さが0.5nmよりも薄いと、基材の表面全体にわたり均一な厚さの連続膜を形成することが難しくなるため、中間層としての機能をはたすことができないことがあり、中間層の厚さが10nm以上の場合、基材と中間層の界面あるいは中間層と非晶質炭素膜の界面の密着力が低下し、十分な密着力が得られないことがある。中間層の厚さとしては、2nm以上7nm以下とすることがさらに望ましい。

10 【 0 0 1 2 】中間層の形成方法としては、真空蒸着法、スパッタ蒸着法、真空アーク蒸着法、イオンプレーティング法、各種CVD法など、公知の手法を用いることができる。これらの中でも、イオンプレーティング法、スパッタ蒸着法、真空アーク蒸着法は原料のイオン化率が高く、イオンの基材への打ち込み効果などにより、中間層と基材との間で高い密着力が得られるため、特に望ましい。

20 【 0 0 1 3 】基材上に中間層を形成する前に、基材表面にイオンを照射することにより、基材表面の汚れや酸化物層を除去した後に中間層を形成すると、より高い密着力が得られるためにさらに望ましい。イオン照射により基材表面のクリーニングを行う方法としては、公知の技術を使うことができる。

【 0 0 1 4 】基材表面へのイオン照射の方法によっては、基材表面のエッチングによるクリーニングと中間層の形成を同時に行うことができ、このようにして形成された中間層上に形成したDLC膜は特に密着性に優れているため、さらに望ましい。

30 【 0 0 1 5 】イオン照射は、少なくとも中間層を構成する元素のイオン存在下にて、基材に負のバイアス電圧を印可することにより行う。イオンを発生させる方法としては、公知の技術を用いることができるが、イオン化率が高く、速いエッチング速度が得られるスパッタ蒸発源か真空アーク蒸発源を用いるのが望ましい。

40 【 0 0 1 6 】この場合、中間層を構成する元素をターゲットに用いる。例えば、Ti、Cr、Si等の金属を中間層に用いる場合は、これらの金属をターゲットに用いればよい。金属炭化物を中間層に用いる場合は、金属炭化物をターゲットに用いるか、金属をターゲットに用い、炭素源としてCH<sub>4</sub>等の炭化水素ガスをチャンバー内に供給するか、金属ターゲットを用いて、イオン照射時に基材表面に金属層を形成しておき、後述するように非晶質炭素形成時にこの金属層を炭化することにより、金属炭化物層を形成する。

50 【 0 0 1 7 】基材表面のエッチングと中間層の形成を同時に行うためには、基材に印可する負のバイアス電圧の値と雰囲気圧力を適切に選ぶ必要がある。これらの条件はイオン照射の方法により異なるが、例えば真空アーク蒸発源を用いて行う場合には、基材に印可する負のバイアス電圧が-300V以上、-1500V以下であ

り、かつ雰囲気圧力を 0.133Pa 以下にすればよい。

【0018】非晶質炭素膜形成時、あるいは少なくとも非晶質炭素膜形成初期に高エネルギーの炭素イオンを金属中間層表面に照射することにより、金属中間層を炭化して金属炭化物の中間層を形成することも可能である。このような条件は、非晶質炭素膜の形成方法によって異なるが、真空アーク蒸着法を用いる場合は、基材に印可する負のバイアス電圧が-50V以上であり、かつ雰囲気圧力を 0.7Pa 以下にすればよい。

【0019】イオン照射処理が基材表面をエッチングすると同時に、中間層を形成する条件となっているかどうかは、その条件でイオン照射のみを長時間行った時に基材がエッチングされており、非晶質炭素膜を形成後の試料の断面の透過電子顕微鏡による評価、あるいはX線光電子分光法やオージェ電子分光法を用いた深さ方向の組成分析により、基材と非晶質炭素膜の界面に本発明の範囲の組成と厚さを持つ中間層が形成されていることを確認すればよい。

【0020】なお、本発明においては、後述するように基材上にセラミックス層が形成される場合がある。この場合の中間層の形成は、基材上のセラミックス層に上記と同様の方法を用いることによって中間層を形成させることができる。

【0021】非晶質炭素膜の形成方法としては、プラズマCVD法や、スパッタ蒸着法、イオンプレーティング法、真空アーク蒸着法など、公知のいずれの方法でも用いることができるが、これらの中でもスパッタ蒸着法、真空アーク蒸着法は、機械部品、金型、切削工具などの応用に適した、耐摩耗性に優れ、高硬度の非晶質炭素膜が形成可能なため、特に望ましい。また、これらの手法は炭素原料のイオン化率が高く、また比較的低い雰囲気圧力中で被膜を形成するため、基材に到達する炭素原料のイオンのエネルギーが高いため、イオンの中間層への打ち込み効果などにより、より高い密着力の非晶質炭素膜が形成可能であるという利点もある。

【0022】本発明においては、イオン照射処理、中間層形成、非晶質炭素膜形成を同一真空槽で行うか、あるいはイオン照射処理用真空槽と中間層形成用真空槽と非晶質炭素膜形成用真空槽の間に真空搬送路を設けることにより、真空中で連続的に処理する必要がある。これは、イオン照射後の基材が中間層形成前に大気にさらされたり、中間層の表面が非晶質炭素膜形成前に大気にさらされたりすると、基材表面や中間層表面の酸化や分子の吸着による汚染が生じ、イオン照射や中間層形成の効果がなくなってしまうためである。

【0023】本発明の非晶質炭素膜はヌープ硬度 (Hv) が、1200以上8000以下であることが望ましい。これより硬度が低いと耐摩耗性が低く使える用途が制限されてしまい、これより硬度が高いと被膜の内部応力が高すぎて

被膜が剥離しやすくなるため望ましくない。

【0024】硬度の測定は、押し込み式で行う。ダイヤモンド製のヌープ圧子を用い、荷重50g、荷重負荷時間10秒間とし、測定点10点の平均値とする。被膜表面の凹凸が大きく圧痕の形状が見にくい時は、#8000のダイヤモンドペーストでバフ研磨を施し、圧痕形状が観察できるようにする。

【0025】非晶質炭素被覆の厚みは、0.05μm以上、10μm以下であることが望ましい。これより薄いと、非晶質炭素自体の低摩擦係数、高硬度といった特性が発揮できず、これよりも厚いと、被膜の表面粗さが粗くなりすぎて摩擦係数が増加したり、被膜が剥離しやすくなるため、実用には適さない。

【0026】本発明の非晶質炭素被覆部材は、基材との高い密着力を特徴とするものであるため、その用途としては、切削工具、金型、機械部品など、9.8Mpa以上の高負荷で耐久性が要求される用途に適している。磁気記録媒体など、その負荷領域が軽荷重であるところに利用されるものではない。機械部品としては、特に内燃機関のカム、バルブリフターといった動弁系部品など、低摩擦係数、高耐久性が要求される部品に適している。

【0027】本発明では、基材と中間層の間にセラミックス層を形成した構造とすることもできる。この構造は、切削工具や金型など、特に耐摩耗性が要求される用途に用いる場合に効果的である。セラミックス層としては、例えばTiN、ZrN、VN、CrN、AlN、TiAlNなどの周期律表第IVa、Va、VIa、IIIB族元素から選ばれた少なくとも1つの元素の窒化物、またはTiCなどの周期律表第IVa、Va、VIa、IIIB族元素から選ばれた少なくとも1つの元素の炭化物、またはTiCNなどの周期律表第IVa、Va、VIa、IIIB族元素から選ばれた少なくとも1つの元素の炭窒化物をもちいることができる。これらの物質は耐摩耗性に優れているため、基材と中間層の間にこれらの物質を形成した構造とすることにより、非晶質炭素膜の低摩擦係数、高耐溶着性、高耐焼付き性に加え、耐摩耗性にも優れた非晶質炭素被覆部材とすることができる。非晶質炭素膜をこれらのセラミックス層上に直接形成した場合や従来技術で述べたような中間層を用いる方法では、十分な密着力が得られないが、本発明の中間層を用いることにより、セラミックス層上においても、非常に高い密着力を得ることが可能となる。

【0028】セラミックス層は前記した物質の中から選ばれた1つの物質からなる単層膜であってもよいし、2種類以上の物質を複数層積層した構造であってもよい。

【0029】セラミックス層に用いる物質としては、前記したものの中でも、TiAlN、ZrN、VNを用いることが、中間層との密着力が特にすぐれているため特に望ましい。セラミックス層を積層構造とする場合は、セラミックス層の最上層にこれらの物質を用いると、特に優れた密着力が得られるために望ましい。

10

20

30

40

50

【0030】セラミックス層の厚さは、0.2  $\mu\text{m}$ 以上、5  $\mu\text{m}$ 未満であることが望ましい。この範囲以下であると、耐摩耗性向上の効果がなく、この範囲以上であるとセラミックス層が基材から剥離しやすくなるため、望ましくない。セラミックス層の厚さが0.5  $\mu\text{m}$ 以上3  $\mu\text{m}$ 未満であればさらに望ましい。

【0031】セラミックス層の形成方法としては、プラズマCVD法、スパッタ蒸着法、イオンプレーティング法、真空アーク蒸着法など、公知のいずれの方法でも用いることができる。

【0032】本発明で用いる基材の材質に関しては、どのようなものでも用いることができるが、先に述べた本発明の特徴から、セラミックス、鉄系合金、アルミニウム合金および鉄系焼結体のなかから選ばれた少なくとも1種が好適である。セラミックスとしては、窒化ケイ素、窒化アルミ、アルミナ、ジルコニア、炭化ケイ素などが挙げられる。鉄系合金としては、高速度鋼、ステンレス鋼、SKDなどが挙げられる。アルミニウム合金としてはジュラルミンなどが挙げられる。さらに、タングステンカーバイト系金属の超硬合金、ダイヤモンド焼結体、立方晶窒化ホウ素焼結体など、用途に応じて用いることができる。

【0033】本発明の非晶質炭素被覆部材は、先に述べた本発明の特徴から、切削工具、金型、機械部品等に使用することができる。

【0034】

【実施例】以下、本発明の実施の形態を説明する。

【0035】（実施例1）イオン照射処理を行った基材1上に、周期律表第IVa、Va、Vla、IIIB族元素およびC以外のIVb族元素の元素群から選ばれた元素からなる中間層2を形成した後に、非晶質炭素膜3を形成し、図1に示すような非晶質炭素被覆部材を製造した。基材1には、JIS規格K10のタングステンカーバイト系超硬合金、SUS304、SCM415、SKD11を使用した。基材1は表面を清浄にするために、アセトン中で超音波洗浄を10分以上行ったのちに、真空槽内の基材ホルダに装着した。

【0036】イオン照射処理、中間層2形成、非晶質炭素膜3形成は同一成膜装置を用い、連続して行った。中間層2形成方法としては、イオンプレーティング法、スパッタ蒸着法、真空アーク蒸着法を用いた。非晶質炭素膜3の成膜方法としては、高周波プラズマCVD法、スパッタ蒸着法、真空アーク蒸着法を用いた。

【0037】イオンプレーティング装置を図2に示す。高周波コイル5に高周波電源6から高周波電力を入力することにより、ガス導入口7より導入した雰囲気ガスをプラズマ化する。フィラメント8から発生した電子ビームにより、るつぼ9中の固体原料10を加熱し、固体原料10を蒸発させる。蒸発した原料は雰囲気ガスのプラズマによりイオン化される。基材ホルダ11には直流電源12が接続されており、負のバイアスが印可できるよ

うになっている。真空槽内は排気口13から真空排気されるようになっている。

【0038】イオンプレーティング装置でのイオン照射方法、中間層2形成方法、非晶質炭素膜3形成方法を以下に示す。固体原料10にはZrまたはHfまたはNbを用いた。基材ホルダ11に基材15をセットした後、装置内を0.002Pa以下にガス排気口13から真空排気する。雰囲気ガスとして、Arをガス導入口7より導入し、真空槽4内が0.05Paの圧力になるようにする。その後高周波コイル5に高周波電力400Wを投入し、高周波プラズマを発生させる。基板ホルダ11に-1200Vの基材バイアスを印可しておき、固体原料10を電子ビームにより蒸発させ、シャッター14を開ける。蒸発した固体原料はプラズマ中でイオン化される。基材15はガスイオンおよびZrまたはHfまたはNbのイオンの衝突により、表面の汚れや酸化物層がエッチング除去される。その後基材バイアスを-100Vまで下げ、ZrまたはHfまたはNbの中間層2を形成する。その後、真空槽4内を真空排気した後に、真空槽4内が0.07Paの圧力になるようにガス導入口7よりCH<sub>4</sub>ガスを導入する。基材ホルダ11に-500Vのバイアス電圧を印可し、高周波コイル5に高周波電力400Wを投入し、非晶質炭素被膜3を形成した。

【0039】スパッタ蒸着装置を図3に示す。この装置は、真空槽16内に水平円盤状の回転テーブル17を具え、この回転テーブル17に垂直に固定された基材ホルダ18を具える。基材ホルダ18を挟む対向する真空槽側壁にはスパッタ蒸発源19が設置され、各スパッタ蒸発源19は高周波電源20に接続される。スパッタ蒸発源19にはターゲット21が装着されている。また、基材ホルダ18には回転テーブル17に接続された直流電源22により所定の負のバイアス電圧を付与することができる。そして、真空槽16はガス導入口23とガス排気口24とが設けられている。

【0040】スパッタ蒸発源を用いたイオン照射方法、中間層形成方法、非晶質炭素膜形成方法を以下に示す。図3に示したスパッタ蒸着装置を用い、スパッタ蒸発源19の1基をイオン照射処理と中間層2形成用に、もう1基を非晶質炭素膜3形成用に使用した。イオン照射処理用および中間層2形成用のターゲット21にはTaまたはMoまたはWまたはSiを用いた。非晶質炭素膜3形成用のターゲット21には、固体炭素を用いた。基材ホルダ18に基材25をセットした後、真空槽16内を0.002Pa以下にガス排気口24から真空排気した。Arガスをガス導入口23より導入し、真空槽16内を1Paになるようにした。その後、回転テーブル17を5rpmで回転させながら基材ホルダ18に-800Vの基材バイアスを印可するとともに、イオン照射処理用のスパッタ蒸発源19に高周波電力400Wを導入し、ターゲット21をスパッタしイオン化することにより、ガスイオンおよびターゲット元素のイオンを基材25へ衝突させ、基材1表面の汚れ

や酸化物層をエッチング除去した。その後、基材バイアスを-150V に低下させて、TaまたはMoまたはW またはSi の中間層 2 を形成した。その後、真空槽 16 内を真空排気した後に、真空槽 16 内が1Pa の圧力になるようにガス導入口 23 よりCH<sub>4</sub> ガスとArガスを導入する。CH<sub>4</sub> ガスとArの分圧はそれぞれ0.3Pa と0.7Pa である。固体炭素ターゲットを装着したスパッタ蒸発源 19 に高周波電力400Wを投入し、基材ホルダ 18 に-100V のバイアス電圧を印可し、回転テーブル 17 を5rpmで回転させながら、非晶質炭素被膜 3 を形成した。

【0041】真空アーク蒸着装置を図4に示す。この装置は、真空槽 26 内に水平円盤状の回転テーブル 27 を具え、この回転テーブル 27 に垂直に固定された基材ホルダ 28 を備える。基材ホルダ 28 を挟む対向する真空槽側壁にはターゲット 29 (真空アーク蒸発源) が設置され、各ターゲット 29 は直流電源 30 に接続される。また、基材ホルダ 28 には回転テーブル 27 に接続された直流電源 31 により所定の負のバイアス電圧を付与することができる。そして、真空槽 26 はガス導入口 32 とガス排気口 33 とが設けられている。

【0042】真空アーク蒸着装置でのイオン照射方法、中間層 2 形成方法、非晶質炭素膜 3 の形成方法を以下に示す。図4に示す真空アーク蒸着装置を用い、ターゲット 29 の 1 基をイオン照射処理用および中間層 2 形成用に、もう 1 基を非晶質炭素膜 3 形成用に使用した。イオン照射処理および中間層 2 形成用のターゲット 29 には、TiまたはV またはCrを、非晶質炭素膜 3 形成用のターゲット 29 には、固体炭素を用いた。イオン照射処理の雰囲気としてはArをガス導入口 32 から導入した。基材ホルダ 28 に基材 34 をセットした後、装置内を0.002Pa 以下にガス排気口 33 から真空排気した。そして、0.7Pa まで雰囲気ガスを導入した。その後、回転テーブル 27 を5rpmで回転させながら、基材ホルダ 28 に-120V の基材バイアスを印可するとともに、ターゲットにア

ーク電流50A を流してアーク放電を発生させ、ターゲット元素のイオンとガスイオンを基材 34 へ衝突させ、基材 34 表面の汚れや酸化物層をエッチング除去した。その後、基材バイアスを-800Vまで低下し、TiまたはV またはCrの中間層 2 を形成した。その後、真空槽 26 内が1Pa の圧力になるようにガス導入口 32 よりArガスを導入し、基材ホルダ 28 に-100V のバイアス電圧を印可し、固体炭素ターゲットにカソード電流50A を流してアーク放電を発生させ、回転テーブル 27 を5rpmで回転させながら、非晶質炭素膜 3 を形成した。

【0043】非晶質炭素膜 3 の硬度測定は、ダイヤモンド製のヌーブ圧子を用い、荷重50g、荷重負荷時間10秒間とし、測定値10点の平均値を採用した。被膜表面の凹凸が大きく圧痕の形状が見えにくい時は、#8000のダイヤモンドペーストでバフ研磨を施し、圧痕形状が観察できるようにした。

【0044】非晶質炭素膜 3 の密着性は、ロックウエル剥離試験および打撃試験により評価した。ロックウエル剥離試験には、ロックウエルCスケール硬度測定用のダイヤモンド圧子を用い、試験荷重150kgfで被膜表面から圧子を押し付けてきた圧痕まわりの剥離状況を光学顕微鏡で観察した。測定は各試料につき 5 回行った。

【0045】打撃試験は、試料の被膜を形成した面に対し、直径 1 インチのタングステンカーバイト系超硬合金製球を用い仕事量10J で400 回打撃を加え、打痕およびその周辺の剥離状況を光学顕微鏡で観察した。

【0046】中間層 2 と非晶質炭素膜 3 の構造と評価結果を表 1 にまとめる。中間層 2 の厚さは断面の透過電子顕微鏡像から求めた。いずれの構造においても、ロックウエル剥離試験、打撃試験ともに剥離は見られず、本発明の構造を有する非晶質炭素膜 3 は基材 1 に対し良好な密着性を示した。

【0047】

【表 1】

	中 間 層			非 晶 質 炭 素 膜			基 材	評 価 結 果	
	材 料	成 膜 方 法	膜 厚 (nm)	成 膜 方 法	膜 厚 (μm)	ヌーブ硬度		ロスケール剥離試験	打撃試験
実施例 1-1	Zr	イオンプレーティング	2	プラズマCVD	2.0	1200	K10	剥離なし	剥離なし
実施例 1-2	Hf	イオンプレーティング	3	プラズマCVD	2.0	1200	SUS304	剥離なし	剥離なし
実施例 1-3	Nb	イオンプレーティング	5	プラズマCVD	2.0	1200	SCM415	剥離なし	剥離なし
実施例 1-4	Ta	スパッタ蒸着	0.5	スパッタ蒸着	0.8	2500	SKD11	剥離なし	剥離なし
実施例 1-5	Mo	スパッタ蒸着	1	スパッタ蒸着	0.8	2500	K10	剥離なし	剥離なし
実施例 1-6	W	スパッタ蒸着	2	スパッタ蒸着	0.8	2500	SUS304	剥離なし	剥離なし
実施例 1-7	Si	スパッタ蒸着	5	スパッタ蒸着	0.8	2500	SCM415	剥離なし	剥離なし
実施例 1-8	Ti	真空アーク蒸着	9	真空アーク蒸着	1.5	3700	SKD11	剥離なし	剥離なし
実施例 1-9	V	真空アーク蒸着	7	真空アーク蒸着	1.5	3700	K10	剥離なし	剥離なし
実施例 1-10	Cr	真空アーク蒸着	5	真空アーク蒸着	1.5	3700	SUS304	剥離なし	剥離なし

【0048】(実施例 2) イオン照射処理を行った基材 1 上に、周期律表第IVa、Va、VIa、IIIB族元素および

C以外のIVb 族元素の元素群から選ばれた少なくとも一つの元素の炭化物からなる中間層 2 を形成した後に、非

晶質炭素膜 3 を形成した。基材 1 は実施例 1 と同じものを使用し、実施例 1 と同じ洗浄を行った後に、真空槽内の基材ホルダに装着した。

【0049】イオン照射処理、中間層形成、非晶質炭素膜形成の方法は、実施例 1 と同じ手法を用いた。

【0050】イオンブレーティング装置でのイオン照射方法、中間層 2 形成方法、非晶質炭素膜 3 の形成方法を以下に示す。原料 10 には Zr または Hf または Nb を使い、実施例 1 と同様にしてイオン照射処理を行った。その後、真空槽 4 内を真空排気した後、真空槽 4 内が 0.1Pa になるように CH<sub>4</sub> ガスを導入し、基材バイアス -200V を基材ホルダ 11 に印可し、るつば 9 内の Zr または Hf または Nb を蒸発させ、ZrC または HfC または NbC の中間層 2 を形成した。その後実施例 1 と同様にして中間層上に非晶質炭素膜を形成した。

【0051】スパッタ蒸着装置でのイオン照射方法、中間層 2 形成方法、非晶質炭素膜 3 の形成方法を以下に示す。イオン照射用および中間層 2 形成用のターゲット 21 には Ta または Mo または W または Si を用いた。非晶質炭素膜 3 形成用のターゲット 21 には、固体炭素を用いた。実施例 1 と同様にしてイオン照射処理を行った後、真空槽 16 内を真空排気し、真空槽 16 内が 1Pa になるように CH<sub>4</sub> ガスと Al ガスを導入した。CH<sub>4</sub> ガスと Ar の分圧はそれぞれ 0.3Pa と 0.7Pa である。Ta または Mo または W または Si ターゲットを装着したスパッタ蒸着源 19 に高周波電力 400W を投入し、基材ホルダ 18 に -150V のバイアス電圧を印可し、回転テーブル 17 を 5rpm で回転させながら、TaC または MoC または WC または SiC の中間層

を形成した。その後、実施例 1 と同様にして中間層 2 上に非晶質炭素膜 3 を形成した。

【0052】真空アーク蒸着装置でのイオン照射方法、中間層 2 形成方法、非晶質炭素膜 3 の形成方法を以下に示す。イオン照射用および中間層 2 形成用のターゲット 29 には Ti または V または Cr を用いた。非晶質炭素膜 3 形成用のターゲット 29 には、固体炭素を用いた。実施例 1 と同様にしてイオン照射処理を行った後、真空槽 26 内を真空排気し、真空槽 26 内が 2Pa になるように CH<sub>4</sub> ガスと Ar ガスを導入した。CH<sub>4</sub> ガスと Ar の分圧はそれぞれ 1Pa と 1Pa である。回転テーブル 27 を 5rpm で回転させながら、基板ホルダ 28 に -200V の基材バイアスを印可するとともに、中間層形成用ターゲットにアーク電流 50A を流してアーク放電を発生させ、TiC または VC または CrC<sub>x</sub> の中間層を形成した。その後、実施例 1 と同様にして中間層 2 上に非晶質炭素膜 3 を形成した。

【0053】作成した試料は実施例 1 と同様に、ロックウェル剥離試験および打撃試験により、非晶質炭素膜 3 の密着性を評価した。

【0054】中間層 2 と非晶質炭素膜 3 の構造と評価結果を表 2 にまとめる。中間層 2 の厚さは断面の透過電子顕微鏡像から求めた。いずれの構造においても、ロックウェル剥離試験、打撃試験ともに剥離は見られず、本発明の構造を有する非晶質炭素膜 3 は基材に対し良好な密着性を示した。

【0055】

【表 2】

	中 間 層			非 晶 質 炭 素 膜			基 材	評 価 結 果	
	材 料	成 膜 方 法	膜 厚 (nm)	成 膜 方 法	膜 厚 (μm)	ヌーブ硬度		ロックウェル 剥離試験	打撃試験
実施例 2-1	ZrC	イオンブレーティング	3	プラズマ CVD	2.0	1200	K10	剥離なし	剥離なし
実施例 2-2	HfC	イオンブレーティング	5	プラズマ CVD	2.0	1200	SUS304	剥離なし	剥離なし
実施例 2-3	NbC	イオンブレーティング	7	プラズマ CVD	2.0	1200	SCM415	剥離なし	剥離なし
実施例 2-4	TaC	スパッタ蒸着	0.7	スパッタ蒸着	0.8	2500	SKD11	剥離なし	剥離なし
実施例 2-5	MoC	スパッタ蒸着	1.5	スパッタ蒸着	0.8	2500	K10	剥離なし	剥離なし
実施例 2-6	WC	スパッタ蒸着	2.5	スパッタ蒸着	0.8	2500	SUS304	剥離なし	剥離なし
実施例 2-7	SiC	スパッタ蒸着	4	スパッタ蒸着	0.8	2500	SCM415	剥離なし	剥離なし
実施例 2-8	TiC	真空アーク蒸着	8	真空アーク蒸着	1.5	3700	SKD11	剥離なし	剥離なし
実施例 2-9	VC	真空アーク蒸着	6	真空アーク蒸着	1.5	3700	K10	剥離なし	剥離なし
実施例 2-10	CrC <sub>x</sub>	真空アーク蒸着	4.5	真空アーク蒸着	1.5	3700	SUS304	剥離なし	剥離なし

【0056】（比較例 1）実施例 1、実施例 2 と同様にして、イオン照射処理を行った基材上にイオンブレーティング法、スパッタ蒸着法、真空アーク蒸着法により、Nb または Mo または Ti または ZrC または TaC または CrC<sub>x</sub> の中間層 2 を形成し、中間層 2 上にプラズマ CVD 法、スパッタ法、真空アーク蒸着法により、非晶質炭素膜 3 を形成した。ただし、中間層 2 の膜厚は本発明の範囲外と

した。

【0057】中間層 2 と非晶質炭素膜 3 の構造と評価結果を表 3 にまとめる。本発明の実施例とは異なり、ロックウェル剥離試験、打撃試験ともに非晶質炭素被膜 3 の剥離が生じ、基材 1 に対する密着性は低かった。

【0058】

【表 3】

	中 間 層			非 晶 質 炭 素 膜			基 材	評 価 結 果	
	材 料	成 膜 方 法	膜 厚 (nm)	成 膜 方 法	膜 厚 ( $\mu$ m)	ヌーブ硬度		ロックウェル 剥離試験	打撃試験
比較例 1-1	Nb	イオンプレーティング	100	プラズマ CVD	2.0	1200	SCM415	剥 離	剥 離
比較例 1-2	Mo	スパッタ蒸着	150	スパッタ蒸着	0.8	2500	K10	剥 離	剥 離
比較例 1-3	Ti	真空アーク蒸着	200	真空アーク蒸着	1.5	3700	SKD11	剥 離	剥 離
比較例 1-4	ZrC	イオンプレーティング	15	プラズマ CVD	2.0	1200	K10	剥 離	剥 離
比較例 1-5	TaC	スパッタ蒸着	0.4	スパッタ蒸着	0.8	2500	SKD11	剥 離	剥 離
比較例 1-6	CrCx	真空アーク蒸着	50	真空アーク蒸着	1.5	3700	SUS304	剥 離	剥 離

【0059】（実施例3）ステンレス製のプランジヤーの外周に実施例1-3の方法および比較例1-1方法で中間層2及び非晶質炭素膜3を形成した。比較例1-1の方法で非晶質炭素膜3を形成したプランジヤーは、1時間の運転で膜の剥離が生じたが、実施例1-3の方法で非晶質炭素膜3を形成したプランジヤーは、10000時間運転後でも被膜の剥離は生じなかった。

【0060】（実施例4）エンジン部品のカムの摺動面に、実施例1-5および比較例1-2の方法で中間層2及び非晶質炭素膜3を形成し、モータリング試験を行った。カム軸回転数2500rpm、パネ荷重882Nで試験を行った結果、比較例1-2の方法で形成した非晶質炭素膜3は30分の運転で剥離が生じたが、実施例1-5の方法で形成した非晶質炭素膜3は300時間運転後でも剥離が生じなかった。

【0061】（実施例5）SUJ2製の軸の外周に、実施例1-8および比較例1-3の方法で中間層2及び非晶質炭素膜3を形成した。これをSUJ2製の軸受と組み合わせで使用したところ、比較例1-3の方法で形成した非晶質炭素膜3は1時間の使用で膜が剥離したが、実施例1-8の方法で形成した非晶質炭素膜3は200時間使用後でも剥離は生じなかった。

【0062】（実施例6）JIS規格K10のタングステンカーバイド系超合金製のドリルに、実施例2-1および比較例1-4の方法で中間層2及び非晶質炭素膜3を形成した。これを用いアルミ材に対する穴あけ加工を行ったところ、比較例1-4の方法で形成した非晶質炭素膜3は穴あけ長1kmで剥離が生じたが、実施例2-1の方法で形成した非晶質炭素膜3は20kmでも剥離が生じなかった。

【0063】（実施例7）SKD11製のリードフレーム曲げ加工用金型表面に、実施例2-4および比較例1-5の方法で中間層2及び非晶質炭素膜3を形成し、リードフレームの曲げ加工に使用した。比較例1-5の方法で形成した非晶質炭素膜は、5000ショットで膜の剥離によるハンダメッキの溶着が発生したが、実施例2-4の方法で形成したものは、200000ショットまでの膜の剥離によるハンダメッキの溶着は発生しなかった。

【0064】（実施例8）基材35は実施例1と同じものを使用し、実施例1と同じ洗浄を行った後に、セラミックス層36を形成した。セラミックス層36は公知の真空アーク蒸着法により形成した。次いで、イオン照射処理を行い、周期律表第IVa、Va、VIa、IIIB族およびC以外のIVb族元素あるいはこれらの炭化物からなる中間層37を形成した後に、非晶質炭素膜38を形成し、図5に示す非晶質炭素被覆部材を製造した。

【0065】イオン照射処理、中間層37形成、非晶質炭素膜38形成の方法は、実施例1、2と同じ手法を用いた。

【0066】作成した試料は実施例1、2と同様に、ロックウェル剥離試験および打撃試験により、非晶質炭素膜38の密着性を評価した。

【0067】セラミックス層36、中間層37、非晶質炭素膜38の構造と評価結果を表4にまとめる。中間層37の厚さは断面の透過電子顕微鏡像から求めた。いずれの構造においても、ロックウェル剥離試験、打撃試験ともに剥離は見られず、本発明の構造を有する非晶質炭素膜38は基材35に対し良好な密着性を示した。

【0068】

【表4】



	セラミックス層		中間層		非晶質炭素膜		基材	評価結果	
	材料	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	材料	成膜方法	膜厚 ( $\text{nm}$ )	成膜方法	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	スラブ硬度	評価結果
実施例8-1	TiAlN	1	Zr	イオンプレーティング	2	プラズマCVD	2.0	1200	剥離なし
実施例8-2	ZrN	2	Hf	イオンプレーティング	3	プラズマCVD	2.0	1200	剥離なし
実施例8-3	VN	3	Nb	イオンプレーティング	5	プラズマCVD	2.0	1200	剥離なし
実施例8-4	TiAlN	0.2	Ta	スパッタ蒸着	0.5	スパッタ蒸着	0.8	2500	剥離なし
実施例8-5	CrN	0.5	Mo	スパッタ蒸着	1	スパッタ蒸着	0.8	2500	剥離なし
実施例8-6	TiC	5	W	スパッタ蒸着	2	スパッタ蒸着	0.8	2500	剥離なし
実施例8-7	TiCN	1	Si	スパッタ蒸着	5	スパッタ蒸着	0.8	2500	剥離なし
実施例8-8	VN	2	Ti	真空アーク蒸着	9	真空アーク蒸着	1.5	3700	剥離なし
実施例8-9	ZrN	3	V	真空アーク蒸着	7	真空アーク蒸着	1.5	3700	剥離なし
実施例8-10	TiAlN	2	Cr	真空アーク蒸着	5	真空アーク蒸着	1.5	3700	剥離なし
実施例8-11	TiAlN	1	ZrC	イオンプレーティング	3	プラズマCVD	2.0	1200	剥離なし
実施例8-12	ZrN	2	HfC	イオンプレーティング	5	プラズマCVD	2.0	1200	剥離なし
実施例8-13	VN	3	NbC	イオンプレーティング	7	プラズマCVD	2.0	1200	剥離なし
実施例8-14	TiAlN	0.2	TaC	スパッタ蒸着	0.7	スパッタ蒸着	0.8	2500	剥離なし
実施例8-15	CrN	0.5	MoC	スパッタ蒸着	1.5	スパッタ蒸着	0.8	2500	剥離なし
実施例8-16	TiC	5	WC	スパッタ蒸着	2.5	スパッタ蒸着	0.8	2500	剥離なし
実施例8-17	TiCN	1	SiC	スパッタ蒸着	4	スパッタ蒸着	0.8	2500	剥離なし
実施例8-18	VN	2	TiC	真空アーク蒸着	8	真空アーク蒸着	1.5	3700	剥離なし
実施例8-19	ZrN	3	VC	真空アーク蒸着	6	真空アーク蒸着	1.5	3700	剥離なし
実施例8-20	TiAlN	2	CrC <sub>x</sub>	真空アーク蒸着	4.5	真空アーク蒸着	1.5	3700	剥離なし

【0069】（比較例2）実施例8と同様にして、セラミックス層36を形成した基材にイオン照射処理を行い、イオンプレーティング法、スパッタ蒸着法、真空アーク蒸着法により、NbまたはMoまたはTiまたはZrCまたはTaCまたはCrC<sub>x</sub>の中間層37を形成し、中間層37上にプラズマCVD法、スパッタ法、真空アーク蒸着法に

50

より、非晶質炭素膜38を形成した。ただし、中間層37の膜厚は本発明の範囲外とした。

【0070】中間層37と非晶質炭素膜38の構造と評価結果を表5にまとめる。本発明の実施例とは異なり、ロックウェル剥離試験、打撃試験ともに非晶質炭素被膜の剥離が生じ、基材35に対する密着性は低かった。

【 0071 】

17

【 表 5 】

	セラミックス層		中間層		非晶質炭素膜			基材	評価結果	
	材料	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	材料	成膜方法	膜厚 ( $\text{nm}$ )	成膜方法	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )		ロックウエル	打撃試験
比較例2-1	VN	3	Nb	イオンプレーティング	100	プラズマCVD	2.0	SCM415	剥離試験	剥離
比較例2-2	CN	0.5	Mo	スパッタ蒸着	150	スパッタ蒸着	0.8	K10	剥離	剥離
比較例2-3	VN	2	Ti	真空アーク蒸着	200	真空アーク蒸着	1.5	SKD11	剥離	剥離
比較例2-4	TiAlN	1	ZrC	イオンプレーティング	15	プラズマCVD	2.0	K10	剥離	剥離
比較例2-5	TiAlN	0.2	TaC	スパッタ蒸着	0.4	スパッタ蒸着	0.8	SKD11	剥離	剥離
比較例2-6	TiAlN	2	CrC <sub>x</sub>	真空アーク蒸着	50	真空アーク蒸着	1.5	SUS304	剥離	剥離

【 0072 】 (実施例 9) ダイヤモンド焼結体がろう付けされたアルミ合金加工用スローアウェイチップに、実施例 2-10 および比較例 1-6 の方法で、中間層 2 及び非晶質炭素膜 3 を形成した。これを用いアルミ合金 AD C12 のフライス加工を行ったところ、比較例 1-6 の方

法で形成した非晶質炭素膜 3 は 1km 切削後に剥離が生じていたが、実施例 2-10 の方法で形成した非晶質炭素膜 3 は 40km 連続切削後でも剥離が生じていなかった。

【 0073 】 (実施例 10) 立方晶窒化ホウ素焼結体がろう付けされた焼入鋼切削加工用スローアウェイチップ

50

に、実施例 2-10 および比較例 1-6 の方法で中間層 2 及び非晶質炭素膜 3 を形成した。これを用い浸炭焼入鋼 SCM415 の高速連続切削を行ったところ、比較例 1-6 の方法で形成した非晶質炭素膜 3 は切削時間 1 分の段階で剥離が生じていたが、実施例 2-10 の方法で形成した非晶質炭素膜 3 は 30 分連続切削前後でも剥離が生じていなかった。

【0074】(実施例 11) 基材 1 上にイオン照射処理を行い、基材表面のクリーニングと同時に金属の中間層 2 を形成した後に、非晶質炭素膜 3 を形成し、図 1 に示すような非晶質炭素被覆部材を製造した。基材 1 には実施例 1 と同様のものを用い、実施例 1 と同様の洗浄後に真空槽内の基材ホルダに装着した。

【0075】イオン照射処理、非晶質炭素膜 3 の形成は、実施例 1 に用いた真空アーク蒸着法を用いて行った。イオン照射処理用のターゲット 29 には、Ti、Cr、Zr、V を用いた。イオン照射処理は、ガス導入口からガスを導入せずに、0.002 Pa 以下の到達真空度で行った。基材バイアスを -1000 V、アーク電流を 50 A とし、回転テーブル 27 を 5 rpm で回転させながら、イオン照射を行った。その後、実施例 1 と同様

にして非晶質炭素膜 3 を形成した。

【0076】作製した試料は、実施例 1 と同様にロックウェル剥離試験及び打撃試験により、非晶質炭素膜 3 の密着性を評価した。

【0077】イオン照射処理に用いたターゲット、中間層 2 と非晶質炭素膜 3 の構造と評価結果を表 6 にまとめる。中間層 2 の厚さ及び組成は、それぞれ断面の透過電子顕微鏡像と X 線光電子分光による深さ方向の組成分析から求めた。いずれの試料もイオン照射により、イオン照射に用いたターゲット材料と同じ元素からなる中間層 2 が形成されていることが確認された。また、同じイオン照射処理条件で 1 時間イオン照射のみを行ったところ、基材がエッチングされていることが確認され、イオン照射処理により基材のエッチングクリーニングと中間層の形成が同時におこっていることが確認できた。いずれの構造においても、ロックウェル剥離試験、打撃試験ともに剥離は見られず、本発明の構造を有する非晶質炭素膜 3 は基材に対して良好な密着性を示した。

【0078】

【表 6】

	イオン照射処理		中間層		非晶質炭素膜			基 材	評 価 結 果	
	ターゲット材料	イオン発生方法	材 料	膜 厚 (nm)	成膜方法	膜 厚 (μm)	ヌーブ硬度		ロックウェル剥離試験	打撃試験
実施例 11-1	Ti	真空アーク蒸発源	Ti	1	真空アーク蒸着	1.5	3700	K10	剥離なし	剥離なし
実施例 11-2	Cr	真空アーク蒸発源	Cr	3	真空アーク蒸着	1.5	3700	SUS304	剥離なし	剥離なし
実施例 11-3	Zr	真空アーク蒸発源	Zr	4	真空アーク蒸着	1.5	3700	SCM415	剥離なし	剥離なし
実施例 11-4	V	真空アーク蒸発源	V	6	真空アーク蒸着	1.5	3700	SKD11	剥離なし	剥離なし

【0079】(実施例 12) 実施例 8 と同様にしてセラミックス層 36 を形成した基材に、実施例 11 と同様にしてイオン照射処理を行い、基材表面のクリーニングと同時に金属の中間層 37 を形成した後に、非晶質炭素膜 38 を形成し、図 5 に示すような非晶質炭素被覆部材を製造した。

【0080】イオン照射処理に用いたターゲット、セラミックス層 36、中間層 37、非晶質炭素膜 38 の構造と評価結果を表 7 にまとめる。中間層 37 の厚さ及び組成は、それぞれ断面の透過電子顕微鏡と X 線光電子分光による深さ方向の組成分析から求めた。いずれの試料もイオン照射により、イオン照射に用いたターゲット材料

と同じ元素からなる中間層 37 が形成されていることが確認された。

【0081】また、同じイオン照射条件で 1 時間イオン照射のみを行ったところ、セラミックス層がエッチングされていることが確認され、イオン照射処理によりセラミックス層のエッチングクリーニングと中間層の形成が同時におこっていることが確認できた。いずれの構造においても、ロックウェル剥離試験、打撃試験共に剥離は見られず、本発明の構造を有する非晶質炭素膜 38 は基材に対して良好な密着性を示した。

【0082】

【表 7】

	セラミックス層		イオン照射処理		中間層		非晶質炭素膜			基 材	評 価 結 果	
	材料	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	ターゲット 材料	イオン 発生方法	材料	膜 厚 (nm)	成膜方法	膜 厚 ( $\mu\text{m}$ )	ヌーブ 硬度		ロックウェル 剥離試験	打撃試験
実施例 12-1	TiAlN	1	Ti	真空アーク 蒸発源	Ti	1	真空アーク 蒸着	1.5	3700	K10	剥離なし	剥離なし
実施例 12-2	ZrN	2	Cr	真空アーク 蒸発源	Cr	3	真空アーク 蒸着	1.5	3700	SUS304	剥離なし	剥離なし
実施例 12-3	VN	3	Zr	真空アーク 蒸発源	Zr	4	真空アーク 蒸着	1.5	3700	SCM415	剥離なし	剥離なし
実施例 12-4	TiCN	1	V	真空アーク 蒸発源	V	6	真空アーク 蒸着	1.5	3700	SKD11	剥離なし	剥離なし

【0083】（実施例 13）実施例 11 と同様にして、基材 1 へのイオン照射処理により基材表面のクリーニングと同時に基材表面に金属層を形成した。その後、非晶質炭素膜 3 の形成を以下のように行うことにより、金属炭化物を中間層 2 とする非晶質炭素被覆部材を製造した。

【0084】非晶質炭素膜の形成は、ガス導入口からガスを導入せずに、0.002 Pa 以下の到達真空度で行った。基材バイアスを -100 V、アーク電流を 50 A とし、回転テーブル 27 を 5 rpm で回転させながら、非晶質炭素膜 3 を形成した。

【0085】作製した試料は実施例 1 と同様に、ロックウェル剥離試験及び打撃試験により、非晶質炭素膜 3 の密着性を評価した。

【0086】イオン照射処理に用いたターゲット、中間

層 2 と非晶質炭素膜 3 の構造と評価結果を表 8 にまとめる。中間層 2 の厚さ及び組成は、それぞれ断面の透過電子顕微鏡像と X 線光電子分光による深さ方向の組成分析から求めた。いずれの試料もイオン照射により、イオン照射に用いたターゲット材料と同じ金属元素の炭化物の中間層 2 が形成されていることが確認された。また、同じイオン照射処理条件で 1 時間イオン照射のみを行ったところ、基材がエッチングされていることが確認され、イオン照射処理により基材のエッチングクリーニングと金属層の形成が同時に起こっていることが確認できた。いずれの構造においても、ロックウェル剥離試験及び打撃試験共に剥離は見られず、本発明の構造を有する非晶質炭素膜 3 は基材に対して良好な密着性を示した。

【0087】

【表 8】

	イオン照射処理		中間層		非晶質炭素膜			基 材	評 価 結 果	
	ターゲット 材料	イオン発生方法	材 料	膜 厚 (nm)	成膜方法	膜 厚 ( $\mu\text{m}$ )	ヌーブ硬度		ロックウェル 剥離試験	打撃試験
実施例 13-1	Ti	真空アーク 蒸発源	TiC	2	真空アーク 蒸着	1.5	4000	K10	剥離なし	剥離なし
実施例 13-2	Cr	真空アーク 蒸発源	CrC <sub>x</sub>	5	真空アーク 蒸着	1.5	4000	SUS304	剥離なし	剥離なし
実施例 13-3	Zr	真空アーク 蒸発源	ZrC	6	真空アーク 蒸着	1.5	4000	SCM415	剥離なし	剥離なし
実施例 13-4	V	真空アーク 蒸発源	VC	8	真空アーク 蒸着	1.5	4000	SKD11	剥離なし	剥離なし

【0088】（実施例 14）実施例 8 と同様にしてセラミックス層 36 を形成した基材に、実施例 13 と同様にしてイオン照射処理及び非晶質炭素膜 38 の形成を行い、図 5 に示すような非晶質炭素被覆部材を製造した。

【0089】イオン照射処理に用いたターゲット、セラミックス層 36、中間層 37、非晶質炭素膜 38 の構造と評価結果を表 9 にまとめる。中間層 37 の厚さ及び組成は、それぞれ断面の透過電子顕微鏡と X 線光電子分光による深さ方向の組成分析から求めた。いずれの試料もイオン照射により、イオン照射に用いたターゲット材料と同じ金属元素の炭化物の中間層 37 が形成されている

ことが確認された。

【0090】また、同じイオン照射条件で 1 時間イオン照射のみを行ったところ、セラミックス層がエッチングされていることが確認され、イオン照射処理によりセラミックス層のエッチングクリーニングと金属層の形成が同時に起こっていることが確認できた。いずれの構造においても、ロックウェル剥離試験、打撃試験共に剥離は見られず、本発明の構造を有する非晶質炭素膜 38 は基材に対し良好な密着性を示した。

【0091】

【表 9】

	セラミックス層		イオン照射処理		中間層		非晶質炭素膜			基 材	評 価 結 果	
	材料	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	ターゲット 材料	イオン 発生方法	材料	膜 厚 (nm)	成膜方法	膜 厚 ( $\mu\text{m}$ )	メゾ 硬度		ロックウェル 剥離試験	打撃試験
実施例14-1	TiAlN	1	Ti	真空アーク 蒸発源	TiC	1	真空アーク 蒸着	1.5	4000	K10	剥離なし	剥離なし
実施例14-2	ZrN	2	Cr	真空アーク 蒸発源	CrCx	3	真空アーク 蒸着	1.5	4000	SUS304	剥離なし	剥離なし
実施例14-3	VN	3	Zr	真空アーク 蒸発源	ZrC	4	真空アーク 蒸着	1.5	4000	SCM415	剥離なし	剥離なし
実施例14-4	TiCN	1	V	真空アーク 蒸発源	VC	6	真空アーク 蒸着	1.5	4000	SKD11	剥離なし	剥離なし

## 【0092】

【発明の効果】以上、説明したように本発明の構造を用いれば、基材との密着性に優れた非晶質炭素被覆部材が実現でき、機械部品、工具、金型への応用が期待できる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例1、2、11、13に記載の非晶質炭素被覆部材の構造を示す概略図である

【図2】イオンプレーティング装置の概略図である

【図3】スパッタ蒸着装置の概略図である

【図4】真空アーク蒸着装置の概略図である

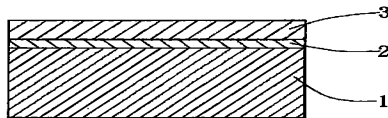
【図5】本発明の実施例8、12、14に記載の非晶質炭素被覆部材の構造を示す概略図である

## 【符号の説明】

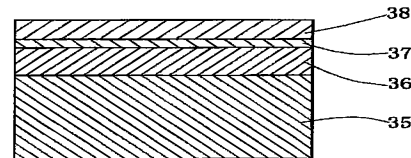
- 1 基材
- 2 中間層
- 3 非晶質炭素膜
- 4 真空槽
- 5 高周波コイル
- 6 高周波電源
- 7 ガス導入口
- 8 フィラメント
- 9 るつば
- 10 原料
- 11 基材ホルダ
- 12 直流電源

- 13 ガス排気口
- 14 シャッター
- 15 基材
- 16 真空槽
- 17 回転テーブル
- 18 基材ホルダ
- 19 スパッタ蒸発源
- 20 高周波電源
- 21 ターゲット
- 22 直流電源
- 23 ガス導入口
- 24 ガス排気口
- 25 基材
- 26 真空槽
- 27 回転テーブル
- 28 基材ホルダ
- 29 ターゲット
- 30 直流電源
- 31 直流電源
- 32 ガス導入口
- 33 ガス排気口
- 34 基材
- 35 基材
- 36 セラミックス層
- 37 中間層
- 38 非晶質炭素膜

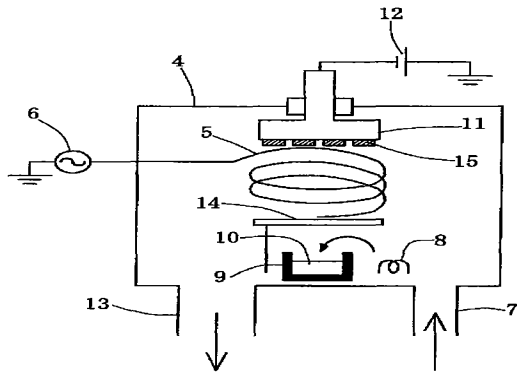
【図1】



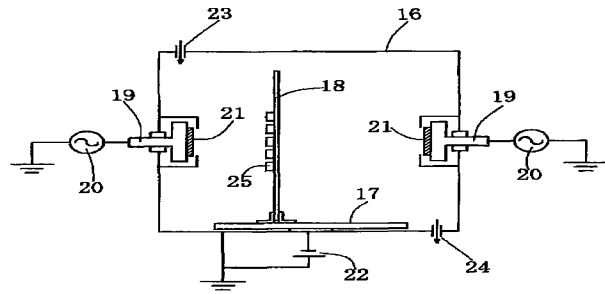
【図5】



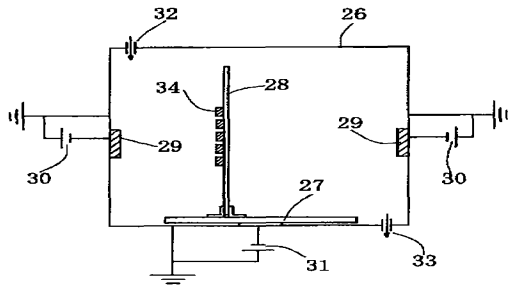
【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

F ターム(参考) 3C046 FF02 FF03 FF04 FF10 FF11  
FF12 FF13 FF17 FF19 FF20  
FF25  
4K029 AA02 AA04 BA02 BA03 BA07  
BA11 BA16 BA17 BA34 BA35  
BA54 BA55 BA58 BB02 BC02  
BD03 BD05 CA01 CA03 CA05  
DD06 EA01  
4K030 AA10 BA01 BA02 BA06 BA12  
BA17 BA18 BA20 BA22 BA27  
BA30 BA36 BA38 BA41 BB12  
CA02 CA05 FA01 HA01 JA01  
JA20 LA21